

高速液体クロマトグラフィーによる水道法新水質基準 農薬項目の検討—吸収スペクトルと保持時間—

中山 和好, 小室 芳洵

Studies on Analytical Method of Pesticides by High-Performance Liquid Chromatography-Ultra Violet Spectra and Retention Time of Pesticides

Kazuyoshi NAKAYAMA and Yoshinobu KOMURO

I はじめに

ゴルフ場使用農薬30種について、厚生省通知の検査方法では測定の大部分がガスクロマトグラフィー (GC), またはガスクロマトグラフィー—質量分析計 (GC-MS) によることとなっているが、高速液体クロマトグラフィー (HPLC) での一斉分析の可能性を検討する目的で、吸収スペクトルと保持時間について前回報告¹⁾した。ここでは1993年12月より施行される水道法²⁾³⁾の新水質基準項目の農薬類 (基準項目4種, 監視項目11種) のうち、昨年の30種に含まれず新たに加えられたもの、チオベンカルブ, ジクロロポス, フェノブカルブ, クロロニトロフェン, イプロベンホス, EPNについて同様に検討したので報告する (1, 3-ジクロロプロベンは揮発性という事で省略した)。これらのものも、測定はGC, GC-MSとなっている。

II 実験方法

1 試薬

農薬標準品はジーエルサイエンス社製を、アセトニトリルは和光純薬社特級を使用した。

2 装置

1) 高速液体クロマトグラフ

ポンプ: 日本分光880-P U

UV検出器: 日本分光875-U V

インテグレーター: ヒューレットパッカード3390 A

カラムオープン: 日本分光865-C O

(HPLC条件)

分離カラム: 昭和電工製 Shodex RSpak D18-613 6mmID-150mm

移動相: アセトニトリル-水 1ml/min

カラム温度: 40℃ 試料注入量: 2ppm溶液20μl

検出波長: 210nm 感度: 0.02A U F S

2) 日立分光光度計 200-20型 1cmセル

3 実験

1) UV吸収スペクトル

農薬標準品をアセトニトリルに溶解し10ppmの溶液に調整し (クロロニトロフェンのみ5ppm), 分光光度計にて370~200nm

の吸収スペクトルを測定した。

2) 保持時間

移動相としてアセトニトリル:水=60:40と50:50の2種を調整し各農薬を注入し保持時間を求めた。

III 結果とまとめ

1 吸収スペクトル

図-1の様に、いずれの物質も吸収を示したが、ジクロロポスが一番低く、クロロニトロフェンが最も高かった。また、いずれも低波長になるに従い吸光度は高くなり、保持時間の測定においては、210nmの波長を用いた。

2 保持時間

前報同様、2種の移動相での保持時間を測定した。結果を図-2に示した。昨年検討した結果に、今回測定したものを新たに追加したものである。カッコ以外のものが、今回新基準項目となったものである。農薬の濃度、またHPLCの測定条件によっては、多種の農薬の検出の可能性があるわけで、それらの挙動については考慮しておく必要がある。

V 文 献

- 1) 中山和好, 小室芳洵 (1992): 高速液体クロマトグラフィーによるゴルフ場使用農薬の分析—吸収スペクトルと保持時間, 千葉衛研報告, 第16号, 55-62
- 2) 厚生省令69号 水質基準に関する省令 (平成4年12月21日)
- 3) 厚生省通知 衛水264号 (平成4年12月21日) 水道水質に関する基準の制定について

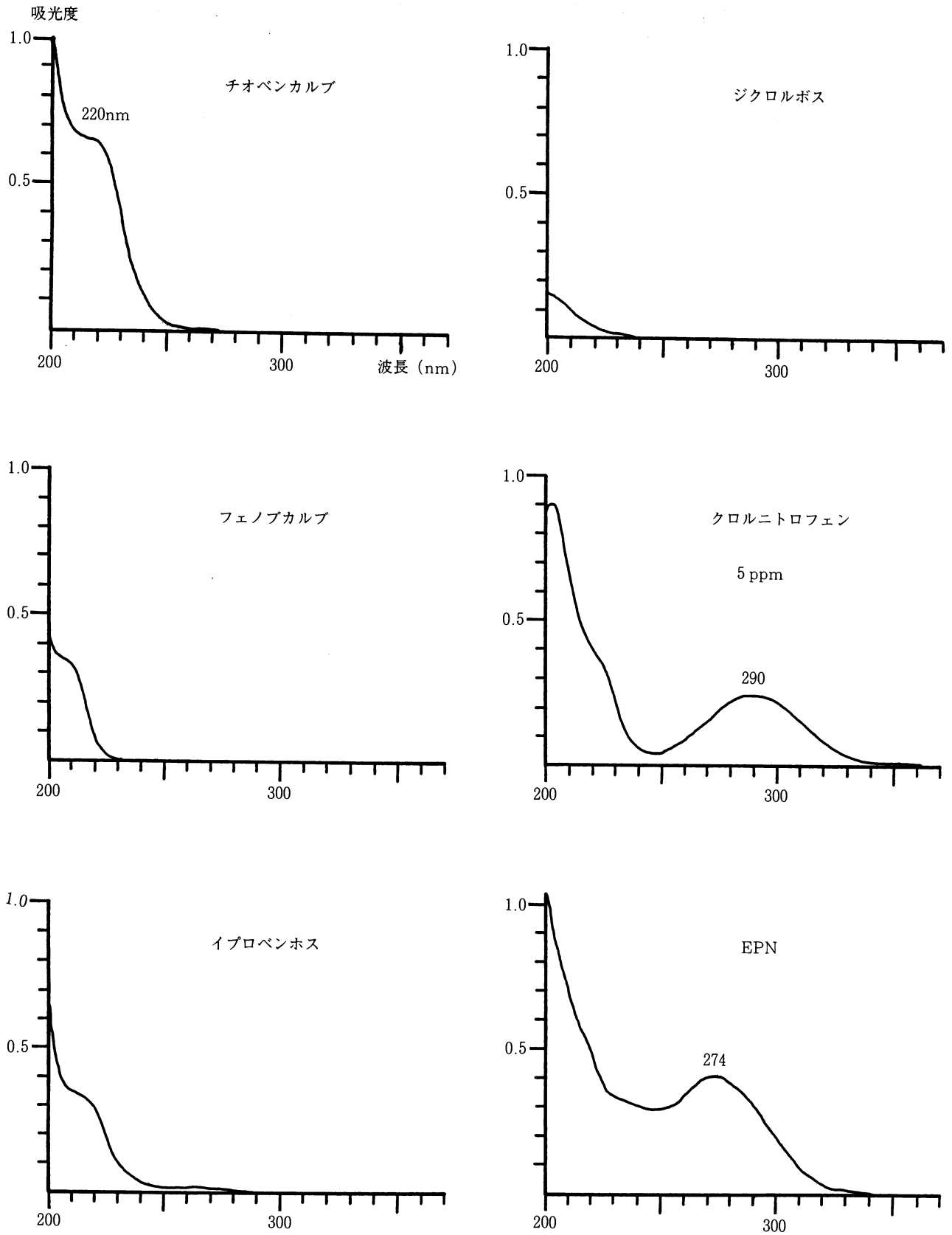


図1 吸収スペクトル

高速液体クロマトグラフィーによる水道法新水質基準農薬項目の検討—吸収スペクトルと保持時間—

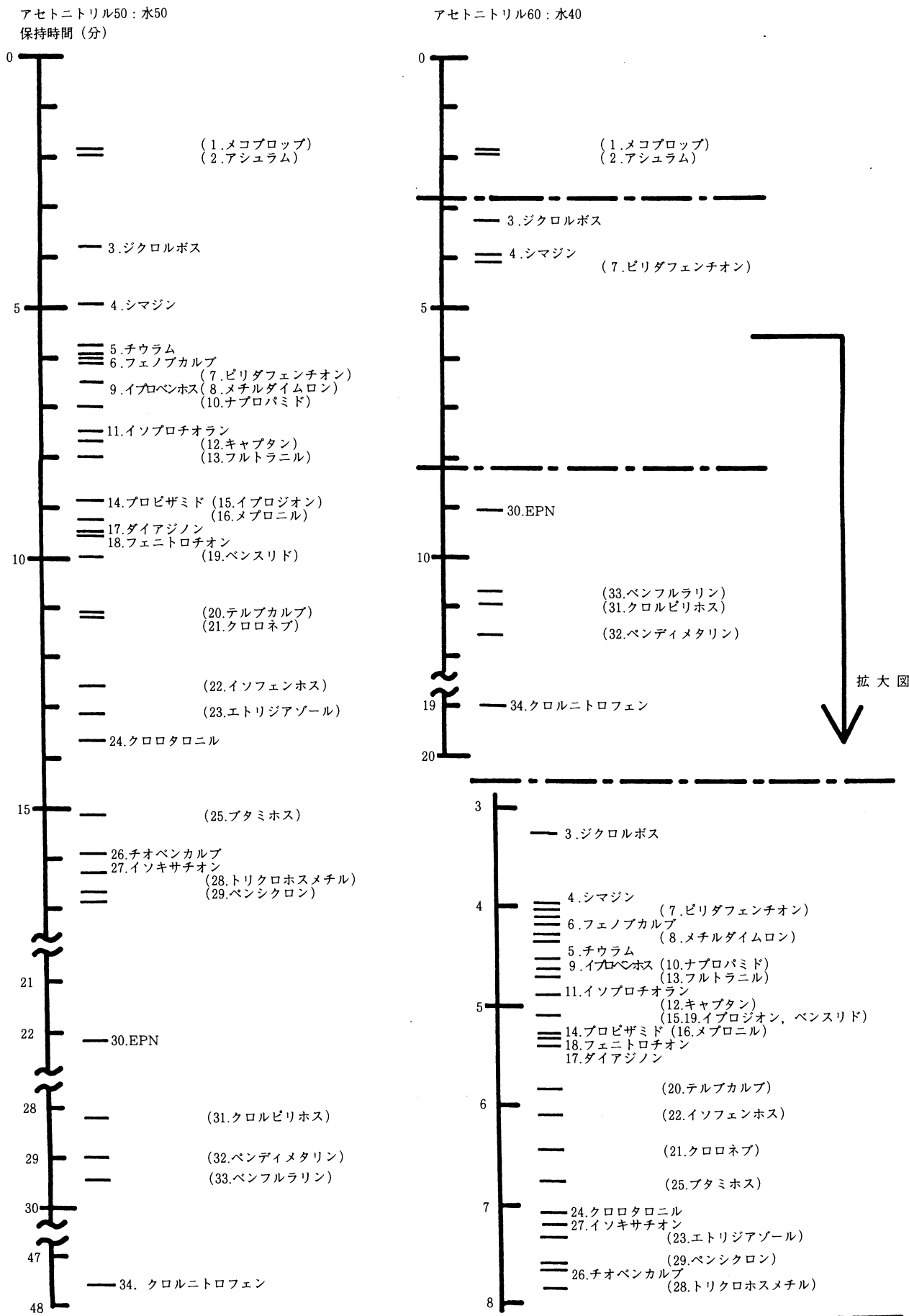


図-2 保持時間